

Stainless steel for manufacturing drawn wire, especially tyre reinforcement wire, and wire manufactured by said process

Patent number: EP0953651
Publication date: 1999-11-03
Inventor: MARANDEL JOEL (FR); HAUSER JEAN-MICHEL (FR)
Applicant: SPRINT METAL SA (FR); UGINE SAVOIE IMPHY (FR)
Classification:
 - International: C21D8/06; C22C38/42
 - european: C22C38/40, C21D8/06A, C21D9/52B, C22C38/02, C22C38/42, C22C38/44, C22C38/58
Application number: EP19990400979 19990422
Priority number(s): FR19980005356 19980429

Also published as:

US6048416 (A1)
 FR2778188 (A1)
 EP0953651 (B1)

Cited documents:

EP0648891
 WO9611812
 DE2338282
 EP0474530
 FR2096405
 more >>

Abstract of EP0953651

A drawn steel wire is produced by drawing an austenitic stainless steel of specified composition to produce a high tensile fracture stress without excessive martensite formation.

A drawn steel wire is produced from a greater than 5 mm diameter wire-rod or a pre-drawn wire of a steel of composition (in wt.%) 0.005-0.050 C, 0.005-0.050 N, 0.1-2 Si, 0.1-5 Mn, 5-12 Ni, 10-20 Cr, 0.01-4 Cu, 0.01-3 Mo, 0.0001-0.030 S, 0.005-0.10 P, less than 0.5 each (less than 1 total) impurities and balance Fe, the sum of C% + N% being $\leq 60 \times 10^{-3}$ and the JM value being -55 to -30 exclusive, where $JM = 551 - 462 \times (C\% + N\%) - 9.2 \times Si\% - 20 \times Mn\% - 13.7 \times Cr\% - 29 \times (Ni\% + Cu\%) - 18.5 \times Mo\%$.

The process comprises (a) initial drawing with a cumulative reduction epsilon of 2-4 exclusive at below 600 degrees C without intermediate anneals to obtain a 0.7-2 mm diameter wire; (b) intermediate annealing at above 700 degrees C; (c) optional conditioning; and (d) final drawing with a cumulative reduction epsilon of 3-4.5 exclusive at below 600 degrees C without intermediate anneals to obtain a 0.1-0.4 mm diameter wire.

An Independent claim is also included for a steel wire obtained by the above process, the wire optionally being coated with copper, brass or zinc and diffusion treated prior to the final drawing stage.

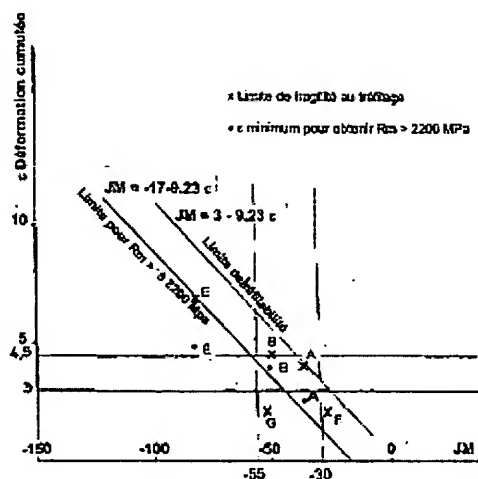
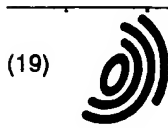


Fig 1

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11) **EP 0 953 651 B1**

(12) **FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

(45) Date de publication et mention
de la délivrance du brevet:
25.06.2003 Bulletin 2003/26

(51) Int Cl.7: **C21D 8/06, C22C 38/42**

(21) Numéro de dépôt: **99400979.3**

(22) Date de dépôt: **22.04.1999**

(54) **Acier inoxydable pour l'élaboration de fil tréfilé en acier inoxydable, notamment de fil de renfort de pneumatique et fil obtenu par le procédé**

Rostfreier Stahl zur Herstellung von gezogenem Draht, insbesondere zur Verstärkung von Reifen, und so hergestellter Draht

Stainless steel for manufacturing drawn wire, especially tyre reinforcement wire, and wire manufactured by said process

(84) Etats contractants désignés:
AT BE CH DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU NL PT SE

(30) Priorité: **29.04.1998 FR 9805356**

(43) Date de publication de la demande:
03.11.1999 Bulletin 1999/44

(73) Titulaires:
• **UGINE-SAVOIE IMPHY**
73400 UGINE (FR)
• **Sprint Métal - Société de Production**
Internationale de Tréfiles
92800 Puteaux (FR)

(72) Inventeurs:
• **Hauser, Jean-Michel**
73400 UGINE (FR)
• **Marandel, Joel**
58640 Varennes Vauzelles (FR)

(74) Mandataire: **Neyret, Daniel Jean Marle**
USINOR
Direction Propriété Industrielle
Immeuble Pacific
11, cours Valmy - TSA 10001
La Défense 7
92070 La Défense Cedex (FR)

(56) Documents cités:
EP-A- 0 474 530 EP-A- 0 648 891
WO-A-96/11812 DE-A- 2 338 282
FR-A- 2 096 405
• **PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 015, no.**
211 (C-0836), 29 mai 1991 (1991-05-29) & JP 03
061322 A (NIPPON STEEL CORP), 18 mars 1991
(1991-03-18)
• **PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 018, no.**
052 (C-1158), 27 janvier 1994 (1994-01-27) & JP
05 271771 A (SUMITOMO METAL IND LTD), 19
octobre 1993 (1993-10-19)

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen, toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

EP 0 953 651 B1

Description

[0001] La présente invention concerne un procédé d'élaboration d'un fil tréfilé, notamment de fil de renfort de pneumatique de diamètre inférieur à 0,3 mm, par tréfilage d'un fil-machine de base d'un diamètre supérieur à 5 mm ou d'un fil de base préalablement tréfilé.

[0002] Les fils métalliques de renfort d'élastomères pour pneumatiques, pouvant être utilisés dans le domaine de la réalisation de pièces soumises à la fatigue, doivent présenter, un faible diamètre, généralement compris entre 0,1 mm et 0,4 mm, et des caractéristiques mécaniques élevées. La charge à la rupture en traction peut être supérieure à 2200 MPa, la ductilité résiduelle, mesurée par la striction en traction, la torsion ou par test de bouclage doit être non nulle, la limite d'endurance en fatigue par flexion rotative ou alternée doit être supérieure à 1000 MPa.

[0003] Ces caractéristiques sont nécessaires pour supporter les efforts statiques ou alternés auxquels le fil est soumis dans les assemblages incorporés aux pneumatiques.

[0004] En outre, le tréfilage du fil d'acier inoxydable jusqu'au diamètre compris entre 0,1 et 0,4 mm doit être possible dans des conditions industrielles, c'est à dire avec des fréquences de casse aussi faibles que possible.

[0005] La demande de brevet FR 93 12 528 (EP-A-648891) traite de l'utilisation d'un fil d'acier inoxydable de diamètre compris entre 0,05 mm et 0,5 mm dont la résistance à la rupture R_m est supérieure à 2000 MPa. L'acier dont est composé le fil contient dans sa composition au moins 50% de martensite obtenue, par tréfilage, sous un taux de réduction supérieur à 2,11 avec des recuits intermédiaires, la somme des teneurs en nickel et chrome étant comprise entre 20% et 35%.

[0006] Le brevet N° 97 01 858 (demande Européenne EP-A-859064) traite de l'élaboration d'un fil en acier inoxydable austénitique à l'état de fil tréfilé écroui contenant une certaine proportion de martensite formée lors du tréfilage, le tréfilage étant effectué sans recuit, avec un taux de réduction cumulé supérieur à 6.

[0007] On entend par déformation cumulée par tréfilage ϵ , la valeur du logarithme népérien du rapport des sections initiale et finale. ($\epsilon = \text{Log} [S_0/S_f]$)

[0008] Le procédé décrit spécifie des compositions particulièrement stables vis-à-vis de la martensite d'écrouissage qui permettent l'obtention de charges à la rupture supérieures à 2200 MPa lorsque la déformation cumulée est très élevée et supérieure à 6.

[0009] En générale, il est connu un procédé de tréfilage en deux phases avec une déformation cumulée de 0.7-3, EP-A-474530.

[0010] Les renforts de pneumatiques sont généralement réalisés par toronnage de fils de diamètre compris entre 0,1 mm et 0,30 mm. Dans le cas des aciers inoxydables, une charge à la rupture de 2200 MPa est suffisante compte tenu du fait que le comportement en service de l'acier n'est pas, ou seulement faiblement, dégradé par l'environnement humide.

[0011] Des charges à la rupture supérieures peuvent être intéressantes industriellement mais on rencontre des difficultés dans l'élaboration par tréfilage des fils à très hautes caractéristiques mécaniques car ceux ci deviennent cassants, notamment par un excès de martensite.

[0012] Il peut être utile de proposer aux fabricants de renforts de pneumatiques des fils aciers susceptibles d'être transformés sur leurs équipements, en prenant en compte des opérations de traitements physiques ou chimiques qui leur sont propres.

[0013] L'invention a pour but l'élaboration d'un fil tréfilé, notamment de fil de renfort de pneumatique de diamètre inférieur à 0,4 mm par tréfilage d'un fil-machine de base de diamètre supérieur ou égal à 5 mm ou d'un fil de base préalablement tréfilé en acier de composition donnée, et comportant une caractéristique mécanique en charge à la rupture supérieure à 2200 MPa et de préférence supérieure à 2400 MPa sans caractère de fragilité, c'est à dire comportant une striction non nulle en traction.

[0014] L'invention a pour objet un procédé d'élaboration d'un fil tréfilé, notamment de fil de renfort de pneumatique de diamètre inférieur à 0,4 mm par tréfilage d'un fil-machine de base d'un diamètre supérieur à 5 mm ou d'un fil de base préalablement tréfilé d'un acier de composition pondérale suivante:

0,005% ≤ carbone ≤ 0,050%

0,005% ≤ azote ≤ 0,050%,

le carbone et azote satisfaisant de préférence la relation $C\% + N\% \leq 60 \cdot 10^{-3}\%$

0,1% ≤ silicium ≤ 2,0%,

0,1% ≤ manganèse ≤ 5%,

5% ≤ nickel ≤ 12%,

10% ≤ chrome ≤ 20%

0,01 % ≤ cuivre ≤ 4%

0,01 % ≤ molybdène ≤ 3%,

0,0001 % ≤ soufre ≤ 0,030%,

EP 0 953 651 B1

$0,005\% \leq \text{phosphore} \leq 0,10\%$,

des impuretés inhérentes à la fabrication en teneur inférieure à 0,5% pour chaque élément et inférieure à 1% au total, la composition satisfaisant la relation suivante:

$$JM = 551 - 462 \cdot (C\% + N\%) - 9,2 \cdot Si\% - 20 \cdot Mn\% - 13,7 \cdot$$

$$Cr\% - 29 \cdot (Ni\% + Cu\%) - 18,5 \cdot Mo\%,$$

avec

$$-55 < JM < -30,$$

le fil de base étant soumis à:

- un tréfilage préalable sous un taux de déformation cumulé ϵ supérieur à 2 et inférieur à 4, pour obtenir un fil de diamètre compris entre 2 mm et 0,7 mm,
- un traitement de recuit intermédiaire à plus de 700°C permettant la reconstitution d'une structure adoucie principalement austénitique,
- éventuellement, un conditionnement avant réduction finale,
- un tréfilage final, sous un taux de déformation cumulé ϵ inférieur à 4,5 et supérieur à 3, pour obtenir un fil de diamètre compris entre 0,1 mm et 0,4 mm,
- le fil étant, pendant les deux opérations de tréfilage, maintenu à une température inférieure à 600°C, sans recuit entre les passes de tréfilage.

[0015] Les caractéristiques préférentielles de l'invention sont :

- en outre, la composition satisfait la relation suivante:

$$JM = 551 - 462 \cdot (C\% + N\%) - 9,2 \cdot Si\% - 20 \cdot Mn\% - 13,7 \cdot$$

$$Cr\% - 29 \cdot (Ni\% + Cu\%) - 18,5 \cdot Mo\%,$$

avec

- 55 < JM < -30, le taux de déformation au tréfilage étant lié à JM par la relation : $-9,23 \epsilon - 17 < JM < -9,23 \epsilon + 3$
- la composition comprend de 3% à 4% de cuivre.
- le conditionnement avant tréfilage final, est en outre, une opération de revêtement du fil recuit par un métal ou d'un alliage métallique choisi parmi : le cuivre, le laiton, le zinc.
- le traitement de recuit intermédiaire est réalisé à une température comprise entre 700°C et 1350°C en un temps adapté à la température et à la méthode de chauffage,
- le conditionnement avant tréfilage final, comprend, en outre, un traitement de diffusion à moins de 700°C, des dépôts de Cu, Zn, ou laiton sur fil recuit.

[0016] L'invention concerne également un fil d'acier obtenu par ce procédé à savoir un fil de renfort de pneumatique de diamètre inférieur à 0,4 mm obtenu par tréfilage d'un fil machine de base de diamètre supérieur à 5 mm ou d'un fil de base préalablement tréfilé caractérisé par la composition pondérale suivante:

$$0,005\% \leq \text{carbone} \leq 0,050\%$$

$$0,005\% \leq \text{azote} \leq 0,050\%,$$

$$\text{le carbone et azote satisfaisant la relation } C\% + N\% \leq 60 \cdot 10^{-3}\%, 0,1\% \leq \text{silicium} \leq 2,0\%,$$

$$0,1\% \leq \text{manganèse} \leq 5\%,$$

$$5\% \leq \text{nickel} \leq 12\%,$$

$$10\% \leq \text{chrome} \leq 20\%$$

$$0,01\% \leq \text{cuivre} \leq 4\%$$

$$0,01\% \leq \text{molybdène} \leq 3\%,$$

$$0,0001\% \leq \text{soufre} \leq 0,030\%,$$

$$0,005\% \leq \text{phosphore} \leq 0,10\%,$$

des impuretés inhérentes à la fabrication en teneur inférieure à 0,5% pour chaque élément et inférieure à 1% au total;
-le fil ayant subi, lors de son élaboration un recuit puis éventuellement, avant tréfilage final, un conditionnement comprenant une opération de revêtement d'un métal ou d'un alliage métallique choisi parmi : le cuivre, le laiton, le zinc, pouvant être suivi d'un traitement de diffusion.

[0017] La description qui suit et les figures annexées, le tout donné à titre d'exemple non limitatif feront bien comprendre l'invention.

[0018] La figure 1 présente le taux maximum de déformation cumulé ϵ qu'il est possible d'atteindre par tréfilage industriel entre les deux opérations de tréfilage, en fonction de l'indice JM défini par la relation satisfaisant la composition.

[0019] Le figure 2 présente, en fonction du taux de déformation cumulé ϵ l'évolution de la charge à la rupture, dans le procédé selon l'invention (acier A et B), comparées à celle d'aciers de référence, hors invention.

[0020] Le tréfilage d'un fil inoxydable de renfort dont le diamètre varie entre 0,1 et 0,4 mm, doit satisfaire une tenue en service du point de vue de l'endurance en fatigue en flexion ou en traction ou en torsion ainsi qu'une tenue à un environnement humide ou en sollicitation combinée: environnement humide et fatigue et frottement fil sur fil.

[0021] Le fil fin est réalisé par tréfilage à partir d'un fil machine ou d'un fil d'acier préalablement tréfilé. Du fait de la composition de l'acier, après tréfilage, le fil tréfilé final présente des propriétés améliorées de résistance en traction et une ductilité résiduelle suffisante pour sa mise en assemblage, par exemple sous la forme de nappes, de câbles.

[0022] Selon l'invention le tréfilage est réalisé avec un acier inoxydable de composition pondérale générale A et B présenté sur le tableau 1, les acier C, E, F, G étant pris en référence.

Tableau 1

Acier	C	N	Si	Mn	Cr	Ni	Cu	Mo	S	P	JM
A	0,023	0,032	0,38	0,54	18,2	10,0	0,36	0,23	0,0090	0,023	-36
B	0,024	0,024	0,47	1,24	18,3	9,7	0,31	0,39	0,0011	0,025	-50
C	0,011	0,027	0,40	1,83	17,2	8,1	3,24	0,36	0,0040	0,025	-78
E	0,011	0,016	0,35	0,54	17,1	9,5	3,16	0,19	0,0020	0,027	-81
F	0,085	0,038	0,85	1,05	17,5	8,2	0,38	0,21	0,0020	0,023	-27
G	0,082	0,045	0,67	0,78	18,5	8,8	0,34	0,20	0,0030	0,025	-52

[0023] L'invention permet de définir un acier inoxydable austénitique susceptible d'être tréfilé sans recuit depuis le fil machine de diamètre supérieur à 5 mm jusqu'à un diamètre compris entre 0,7 mm et 2 mm, puis, d'être recuit à ce diamètre intermédiaire, et, éventuellement revêtu, par exemple de laiton, et enfin d'être tréfilé à nouveau sans recuit, entre les passes de tréfilage, jusqu'à un diamètre final compris entre 0,4 mm et 0,1 mm. Ainsi, on obtient une caractéristique mécanique en charge à la rupture R_m supérieure à 2200 MPa, et de préférence, supérieure à 2400 MPa, sans caractère fragile. La composition selon l'invention satisfait à une relation JM compris dans un intervalle limité déterminé tel que pour des taux de réduction cumulée spécifiques lors du tréfilage final compris entre ϵ supérieur à 3, (soit de 1,6 mm à moins de 0,357 mm; de 1,2 mm à moins de 0,268 mm; de 0,8 mm à moins de 0,179 mm), et ϵ inférieur à 4,5, (soit de 1,6 mm à plus de 0,169 mm; de 1,2 mm à plus de 0,126 mm; de 0,8 mm à plus de 0,0084 mm), le tréfilage en direct de fil de diamètre final compris entre 0,1 mm et 0,4 mm soit possible sans fragilité excessive, avec une charge à la rupture supérieure à 2200 MPa.

[0024] Par tréfilage en direct, on entend une opération de tréfilage comprenant une succession de passes de tréfilage pour chacune desquelles la température d'engagement du fil est comprise entre la température ambiante et 200°C, sans qu'à aucun moment le fil ne soit porté à une température supérieure à 600°C.

[0025] Le tableau 1 présente, pour comparaison, des compositions aciers ne satisfaisant pas les caractéristiques de l'invention, (aciers C,E,F,G.).

[0026] Le tableau 2 présente quelques exemples de tréfilage sur des aciers selon l'invention et hors invention.

Tableau 2

Acier	Diamètre initial (mm)	Diamètre final (mm)	ϵ cumulé	R_m MPa	Martensite %	Tréfilage
A	4,36	1,19	2,60	2214	53	correct
	4,36	0,68	3,72	2500	69	casses
B	1,0	0,18	3,43	2064	-	correct
	5,67	1,0	3,47	1828	16	correct
C	5,56	0,59	4,49	2165	69	correct
	5,56	0,55	4,63	2211	72	-

Tableau 2 (suite)

Acier	Diamètre initial (mm)	Diamètre final (mm)	ϵ cumulé	Rm MPa	Martensite %	Tréfilage
E	5,56	0,25	6,24	2666	87	casses
	5,6	0,672	4,24	2069	62	correct
	5,6	0,355	5,52	2424	86	correct
	5,6	0,178	6,90	2644	90	casses
F	5,5	1,8	2,14	1950	22	qqes casses
G	1,95	0,7	2,10	2064	35	qqes casses

[0027] Avec les aciers A et B selon l'invention, on peut tréfiler, sans casses excessives lors du tréfilage, avec une déformation cumulée supérieure à 3 et obtenir des fils ayant une charge à la rupture supérieure à 2200 MPa avec des déformations cumulée inférieures à 4,5.

[0028] Avec l'acier E hors invention, dont le coefficient JM est inférieur à -55, on ne peut obtenir des charges à la rupture supérieures à 2200 MPa qu'avec une déformation cumulée supérieure à 4,6. Avec l'acier C, hors invention, dont le coefficient JM est inférieur à -55, il n'est pas possible d'obtenir des charges à la rupture supérieures à 2200 MPa, avec une déformation cumulée inférieure à 4,5.

[0029] Avec l'acier F, à forte teneur en carbone, hors invention, la fragilité est atteinte au tréfilage pour des déformations cumulée de 3, et il n'est pas possible d'atteindre un ϵ supérieur à 3.

[0030] Avec l'acier G, à forte teneur en carbone, hors invention, il en est de même, bien que l'indice JM se situe entre -30 et -55.

[0031] Le tréfilage du fil est réalisé de préférence sur une machine multipasses le fil étant, d'une part, lubrifié au savon ou au lubrifiant liquide, et d'autre part, contrôlé en température entre 20°C et 180°C.

[0032] Le fil peut également être laitonné entre les deux opérations de tréfilage. La couche de laiton améliore la capacité de tréfilage et l'adhésion du fil avec les élastomères des pneumatiques.

[0033] Du point de vue métallurgique, il est connu que certains éléments d'alliage entrant dans la composition des aciers favorisent l'apparition de la phase ferrite de structure métallographique de type cubique centré. Ces éléments sont dit alpha-gènes. Parmi ceux-ci figurent le chrome, le molybdène, le silicium.

[0034] D'autres éléments dits gamma-gènes favorisent l'apparition de la phase austénite de structure métallographique de type cubique à faces centrées. Parmi ces éléments figurent le carbone, l'azote, le manganèse, le cuivre, le nickel.

[0035] Le carbone, l'azote, le chrome, le nickel, le manganèse, le silicium sont les éléments habituels permettant l'obtention d'un acier inoxydable austénitique.

[0036] Il a été remarqué que les compositions formant une quantité excessive de martensite au tréfilage deviennent fragiles et cassantes au tréfilage. Cette quantité de martensite est fonction de la teneur totale en carbone et en azote de l'acier et est de l'ordre de 70% pour une teneur totale en carbone et azote inférieure ou égale à 0,060%, et par exemple, de 30% pour une teneur totale en carbone et azote d'environ 0,100%.

[0037] Selon l'invention, l'acier comporte une teneur totale en carbone et azote inférieure ou égale à 0,060%, les conditions de tréfilage satisfaisant la relation suivante :

$$-55 < JM < -30$$

[0038] On a également remarqué que les compositions ayant un indice JM supérieur à la valeur déterminée ci-dessus et une teneur totale en carbone et azote de l'ordre de 0,040% deviennent cassantes avant d'atteindre le tréfilage au diamètre final.

[0039] De la même manière, la présence en quantité excessive de silicium, c'est à dire en quantité supérieure à 2%, a pour effet de fragiliser le fil à l'état écroui par tréfilage en présence d'une quantité importante de martensite.

[0040] Les teneurs en manganèse, chrome, soufre, sont choisies en proportion pour générer des sulfures déformables de composition bien déterminée.

[0041] Le cuivre est ajouté à la composition de l'acier selon l'invention car il stabilise l'austénite et de ce fait, améliore les propriétés de déformation à froid. Cependant la teneur en cuivre est limitée à 4% pour éviter des difficultés de transformation à chaud car le cuivre, en quantité supérieure à 4%, abaisse sensiblement la limite supérieure de température de réchauffage de l'acier avant laminage, au delà de laquelle il y a fusion locale.

[0042] Selon une forme de l'invention la teneur en soufre doit être inférieure à 0,030% pour obtenir des inclusions de sulfure d'épaisseur ne dépassant pas 5 μ m sur produit laminé.

[0043] Les inclusions grossières de type oxydes et sulfures sont généralement considérées comme néfastes vis à

vis des propriétés d'emploi dans le domaine du tréfilage en fil fin et dans le domaine de la tenue en fatigue, notamment, en flexion et/ou en torsion.

[0044] La composition de l'acier inoxydable selon l'invention, contenant plus de 5% de nickel, plus de 0,01% de cuivre, plus de 10% de chrome, une teneur totale en carbone et azote inférieure à 0,060%, un indice JM inférieur à -30, peut être tréfilée selon le procédé de l'invention jusqu'au diamètre final avec un taux de casse réduit, le fil conservant des caractéristiques mécaniques qui permettent son usage dans le domaine du renfort des pneumatiques.

[0045] L'indice JM doit être compris dans l'intervalle -55 et -30. En effet, si JM est inférieur à -55, la quantité de martensite formée reste faible et la charge à la rupture ne peut atteindre des valeurs élevées supérieures à 2200 MPa, même après tréfilage final avec une déformation cumulée ϵ voisine de 4,5.

[0046] Cette remarque justifie la limite de la teneur en chrome à moins de 20% et celle du total de cuivre et de nickel à moins de 16%.

[0047] Le procédé appliqué au tréfilage de l'acier inoxydable selon l'invention permet d'obtenir un fil comportant une excellente tenue en fatigue mesurée par flexion rotative avec une contrainte d'endurance à $2 \cdot 10^6$ cycles supérieure à 1000 MPa.

[0048] Le fil obtenu contient moins de 50% d'austénite ou plus de 50% de martensite. L'acier utilisé est à austénite légèrement instable avec une teneur totale en carbone et azote inférieure à 0,060%.

[0049] Le procédé selon l'invention à partir d'un acier de composition optimisée pour une déformation à froid et tréfilage en fil fin assure:

- une faible tendance à la formation de martensite, formation en quantité suffisante pour durcir l'acier, et en quantité insuffisante pour provoquer une fragilisation du fil après tréfilage,
- une consolidation très progressive de telle sorte que la résistance à la rupture peut être comprise entre 2200 MPa et 3000 MPa pour un fil tréfilé de 0,18 mm tréfilé depuis 5,5 mm avec un recuit intermédiaire, ou pour d'autres tréfilés obtenus avec un taux de réduction cumulé de 3 à 4,5 après le dernier recuit.

Revendications

1. Procédé d'élaboration d'un fil tréfilé, notamment de fil de renfort de pneumatique de diamètre inférieur à 0,4 mm par tréfilage d'un fil-machine de base d'un diamètre supérieur à 5 mm ou d'un fil de base préalablement tréfilé d'un acier de composition pondérale suivante :

0,005% ≤ carbone ≤ 0,050%

0,005% ≤ azote ≤ 0,050%,

le carbone et azote satisfaisant de préférence la relation $C\% + N\% \leq 60 \cdot 10^{-3}\%$

0,1 % ≤ silicium ≤ 2,0%,

0,1% ≤ manganèse ≤ 5%,

5% ≤ nickel ≤ 12%,

10% ≤ chrome ≤ 20%

0,01 % ≤ cuivre ≤ 4%

0,01 % ≤ molybdène ≤ 3%,

0,0001 % < soufre ≤ 0,030%,

0,005% ≤ phosphore ≤ 0,10%,

le reste étant fer avec des impuretés inhérentes à la fabrication en teneur inférieure à 0,5% pour chaque élément et inférieure à 1% au total, la composition satisfaisant la relation suivante :

$$JM = 551 - 462 \cdot (C\% + N\%) - 9,2 \cdot Si\% - 20 \cdot Mn\% - 13,7 \cdot$$

$$Cr\% - 29 \cdot (Ni\% + Cu\%) - 18,5 \cdot Mo\%,$$

avec

-55 < JM < -30,

le fil de base étant soumis à :

- un tréfilage préalable sous un taux de déformation cumulé ϵ supérieur à 2 et inférieur à 4, pour obtenir un fil de diamètre compris entre 2 mm et 0,7 mm,

EP 0 953 651 B1

- un traitement de recuit intermédiaire à plus de 700°C, permettant la reconstitution d'une structure adoucie principalement austénitique,
- éventuellement, un conditionnement avant réduction finale,
- un tréfilage final, sous un taux de déformation cumulé ϵ inférieur à 4,5 et supérieur à 3, pour obtenir un fil de diamètre compris entre 0,1 mm et 0,4 mm,
- le fil étant, pendant les deux opérations de tréfilage, maintenu à une température inférieure à 600°C, sans recuit entre les passes de tréfilage.

2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** en outre, la composition satisfait la relation suivante:

$$JM = 551 - 462 \cdot (C\% + N\%) - 9,2 \cdot Si\% - 20 \cdot Mn\% - 13,7 \cdot$$

$$Cr\% - 29 \cdot (Ni\% + Cu\%) - 18,5 \cdot Mo\% ,$$

avec

-55 < JM < -30, le taux de déformation au tréfilage étant lié à JM par la relation :

$$-9,23 \epsilon - 17 < JM < -9,23 \epsilon + 3$$

3. Procédé selon les revendications 1 et 2, **caractérisé en ce que** la composition comprend de 3% à 4% de cuivre.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 et 2 **caractérisé en ce que** le conditionnement avant tréfilage final, est en outre, une opération de revêtement d'un métal ou d'un alliage métallique choisi parmi : le cuivre, le laiton, le zinc.

5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4 **caractérisé en ce que** le traitement de recuit intermédiaire est réalisé à une température comprise entre 700°C et 1350°C en un temps adapté à la température et à la méthode de chauffage.

6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5 **caractérisé en ce que** le conditionnement avant tréfilage final, comprend, en outre, un traitement de diffusion à moins de 700°C, des dépôts de cuivre, zinc, ou laiton sur fil recuit.

7. Fil d'acier obtenu par le procédé selon l'une des revendications 1 à 6, notamment fil de renfort de pneumatique, de diamètre inférieur à 0,4 mm obtenu par tréfilage d'un fil machine de base de diamètre supérieur à 5 mm ou d'un fil de base préalablement tréfilé **caractérisé par** la composition pondérale suivante:

$$0,005\% \leq \text{carbone} \leq 0,050\%$$

$$0,005\% \leq \text{azote} \leq 0,050\%,$$

$$\text{le carbone et azote satisfaisant de préférence la relation } C\% + N\% \leq 60 \cdot 10^{-3}\%$$

$$0,1\% \leq \text{silicium} \leq 2,0\%,$$

$$0,1\% \leq \text{manganèse} \leq 5\%,$$

$$5\% \leq \text{nickel} \leq 12\%,$$

$$10\% \leq \text{chrome} \leq 20\%$$

$$0,01\% \leq \text{cuivre} \leq 4\%$$

$$0,01\% \leq \text{molybdène} \leq 3\%,$$

$$0,0001\% \leq \text{soufre} \leq 0,030\%,$$

$$0,005\% \leq \text{phosphore} \leq 0,10\%,$$

des impuretés inhérentes à la fabrication en teneur inférieure à 0,5% pour chaque éléments et inférieure à 1% au total,

le fil ayant subi éventuellement, lors de son élaboration un conditionnement avant tréfilage final comprenant une opération de revêtement d'un métal ou d'un alliage métallique choisi parmi : le cuivre, le laiton, le zinc, pouvant être associé à un traitement de diffusion.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von gezogenen Drähten und insbesondere Drähten zur Verstärkung von Luftreifen mit einem Durchmesser unter 0,4 mm durch Ziehen von Walzbasisdrähten mit einem Durchmesser über 5 mm oder von vorab gezogenen Basisdrähten aus einem Stahl mit der folgenden massebezogenen Zusammensetzung:

0,005 % ≤ Kohlenstoff ≤ 0,050 %,
 0,005 % ≤ Stickstoff ≤ 0,050 %, wobei Kohlenstoff und Stickstoff vorzugsweise die Beziehung
 $C \% + N \% \leq 60 \cdot 10^{-3} \%$ erfüllen,
 0,1 % ≤ Silicium ≤ 2,0 %,
 0,1 % ≤ Mangan ≤ 5 %,
 5 % ≤ Nickel ≤ 12 %,
 10 % ≤ Chrom ≤ 20 %, 0,01 % ≤ Kupfer ≤ 4 %, 0,01 % ≤ Molybdän ≤ 3 %, 0,0001 % ≤ Schwefel ≤ 0,030 %, 0,005 % ≤ Phosphor < 0,10 %, 10

wobei der Rest aus Eisen und aus der Verarbeitung stammenden Verunreinigungen in einer Menge unter 0,5 % für jedes Element und einem Gesamtgehalt unter 1 % besteht, wobei die Zusammensetzung die folgende Beziehung erfüllt:

$$JM = 551 - 462 \cdot (C \% + N \%) - 9,2 \cdot Si \% - 20 \cdot Mn \% - 13,7 \cdot Cr \% - 29 \cdot (Ni \% + Cu \%) - 18,5 \cdot Mo \%,$$

mit:

-55 < JM < -30, und

wobei die Basisdrähte folgendermaßen behandelt werden:

- zunächst Ziehen mit einem Gesamtdeformationsgrad ϵ über 2 und unter 4, um Drähte mit einem Durchmesser im Bereich von 2 bis 0,7 mm herzustellen,
- zwischenzeitliche Wärmebehandlung über 700 °C, um eine hauptsächlich austenitische, weichgemachte Struktur zu bilden,
- gegebenenfalls Konditionierung vor der endgültigen Reduktion,
- Ziehen mit einem Gesamtdeformationsgrad ϵ unter 4, 5 und über 3, um Drähte mit einem Durchmesser im Bereich von 0,1 bis 0,4 mm herzustellen,
- wobei die Drähte während den beiden Ziehvorgängen auf einer Temperatur unter 600 °C ohne Wärmebehandlung zwischen den Ziehvorgängen gehalten werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Zusammensetzung ferner die folgende Beziehung erfüllt:

$$JM = 551 - 462 \cdot (C \% + N \%) - 9,2 \cdot Si \% - 20 \cdot Mn \% - 13,7 \cdot Cr \% - 29 \cdot (Ni \% + Cu \%) - 18,5 \cdot Mo \%,$$

mit:

-55 < JM < -30, wobei der Deformationsgrad beim Ziehen in der folgenden Beziehung mit JM steht:

$$-9,23\epsilon - 17 < JM < -9,23\epsilon + 3.$$

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Zusammensetzung 3 bis 4 % Kupfer enthält.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 und 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Konditionierung vor dem endgültigen Ziehen ferner eine Beschichtung mit einem Metall oder einer metallischen Legierung darstellt, die unter Kupfer, Messing oder Zink ausgewählt sind.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** die zwischenzeitliche Wärmebehandlung bei einer Temperatur im Bereich von 700 bis 1350 °C während einer Zeitspanne erfolgt, die an die Temperatur und das Heizverfahren angepasst ist.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Konditionierung vor dem endgültigen Ziehen ferner eine Diffusionsbehandlung für die Abscheidungen von Kupfer, Zink oder Messing auf dem geglühten Draht bei weniger als 700 °C umfasst.

7. Stahldrähte, die gemäß dem Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 6 hergestellt wurden, und insbesondere Drähte zur Verstärkung von Luftreifen mit einem Durchmesser unter 0,4 mm, die durch Ziehen von Walzbasisdrähten mit einem Durchmesser über 5 mm oder von vorab gezogenen Basisdrähten hergestellt werden, **gekennzeichnet durch** die folgende massebezogene Zusammensetzung:

0,005 % ≤ Kohlenstoff ≤ 0,050 %,
 0,005 % ≤ Stickstoff ≤ 0,050 %,
 wobei Kohlenstoff und Stickstoff vorzugsweise die Beziehung
 $C \% + N \% \leq 60 \cdot 10^{-3} \%$ erfüllen,
 0,1 % ≤ Silicium ≤ 2,0 %,
 0,1 % ≤ Mangan ≤ 5 %,
 5 % ≤ Nickel ≤ 12 %,
 10 % ≤ Chrom ≤ 20 %,
 0,01 % ≤ Kupfer ≤ 4 %,
 0,01 % ≤ Molybdän ≤ 3 %,
 0,0001 % ≤ Schwefel ≤ 0,030 %,
 0,005 % ≤ Phosphor < 0,10 %,
 wobei die aus der Verarbeitung stammenden Verunreinigungen in einer Menge unter 0,5 % für jedes Element und einem Gesamtgehalt unter 1 % enthalten sind,
 wobei die Drähte gegebenenfalls bei der Bearbeitung vor dem endgültigen Ziehen einer Konditionierung unterzogen werden, die eine Beschichtung mit einem Metall oder einer metallischen Legierung, die unter Kupfer, Messing oder Zink ausgewählt sind, gegebenenfalls in Kombination mit einer Diffusionsbehandlung umfasst.

Claims

1. Process for producing a drawn wire, especially a tyre reinforcement cord, less than 0.4 mm in diameter by the wire-drawing of a base rod stock greater than 5 mm in diameter or of a pre-wire-drawn base wire of a steel having the following composition by weight:

0.005% ≤ carbon ≤ 0.050%
 0.005% ≤ nitrogen ≤ 0.050%,
 the carbon and nitrogen preferably satisfying the relationship $C\% + N\% \leq 60 \times 10^{-3}\%$;
 0.1% ≤ silicon ≤ 2.0%,
 0.1% ≤ manganese ≤ 5%,
 5% ≤ nickel ≤ 12%,
 10% ≤ chromium ≤ 20%,
 0.01% ≤ copper ≤ 4%,
 0.01% ≤ molybdenum ≤ 3%,
 0.0001% ≤ sulphur ≤ 0.030%,
 0.005% ≤ phosphorus ≤ 0.10%,
 the balance being iron with impurities inherent in the manufacture, having a content of less than 0.5% for each element and less than 1% in total, the composition satisfying the following equation:

$$JM = 551 - 462 \times (C\% + N\%) - 9.2 \times Si\% - 20 \times Mn\% \\ - 13.7 \times Cr\% - 29 \times (Ni\% + Cu\%) - 18.5 \times Mo\%,$$

with $-55 < JM < -30$,
the base wire being subjected to:

- a prior wire-drawing operation, with a cumulative reduction ratio ϵ of greater than 2 and less than 4 in order to obtain a wire having a diameter between 2 mm and 0.7 mm;
- an intermediate annealing treatment at above 700°C, allowing a softened, mainly austenitic structure to be reformed;
- optionally, a conditioning operation before the final reduction;
- a final wire-drawing operation with a cumulative reduction ratio ϵ of less than 4.5 and greater than 3, in order to obtain a wire having a diameter of between 0.1 mm and 0.4 mm;
- the wire being, during the two wire-drawing operations, maintained at a temperature below 600°C, without annealing between the wire-drawing passes.

2. Process according to Claim 1, **characterized in that** the composition furthermore satisfies the following equation:

$$JM = 551 - 462 \times (C\% + N\%) - 9.2 \times Si\% - 20 \times Mn\% \\ - 13.7 \times Cr\% - 29 \times (Ni\% + Cu\%) - 18.5 \times Mo\%,$$

with $-55 < JM < -30$, the wire-drawing reduction ratio being linked to JM through the relationship:

$$-9.23 \epsilon - 17 < JM < -9.23 \epsilon + 3.$$

3. Process according to Claims 1 and 2, **characterized in that** the composition comprises from 3% to 4% copper.
4. Process according to either of Claims 1 and 2, **characterized in that** the conditioning before the final wire-drawing operation is furthermore an operation of coating with a metal or with a metal alloy chosen from: copper, brass, zinc.
5. Process according to one of Claims 1 to 4, **characterized in that** the intermediate annealing treatment is carried out at a temperature between 700°C and 1350°C for a time suited to the temperature and to the heating method.
6. Process according to one of Claims 1 to 5, **characterized in that** the conditioning before the final wire-drawing operation furthermore includes a treatment at below 700°C for diffusion of the copper, zinc or brass platings on the annealed wire.
7. Steel wire obtained by the process according to one of Claims 1 to 6, especially a tyre reinforcement cord, less than 0.4 mm in diameter obtained by the wire-drawing of a base rod stock greater than 5 mm in diameter or of a pre-wire-drawn base wire, **characterized by** the following composition by weight:

0.005% ≤ carbon ≤ 0.050%
0.005% ≤ nitrogen ≤ 0.050%, the carbon and nitrogen preferably satisfying the relationship $C\% + N\% \leq 60 \times 10^{-3}\%$;
0.1% ≤ silicon ≤ 2.0%,
0.1% ≤ manganese ≤ 5%,
5% ≤ nickel ≤ 12%,
10% ≤ chromium ≤ 20%,
0.01% ≤ copper ≤ 4%,
0.01% ≤ molybdenum ≤ 3%,
0.0001% ≤ sulphur ≤ 0.030%,
0.005% ≤ phosphorus ≤ 0.10%,

EP 0 953 651 B1

the balance being iron with impurities inherent in the manufacture, with a content of less than 0.5% for each element and less than 1% in total, the wire having optionally undergone, during its production, a conditioning treatment before the final wire-drawing, comprising an operation of coating with a metal or with a metal alloy chosen from: copper, brass, zinc, possibly combined with a diffusion treatment.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

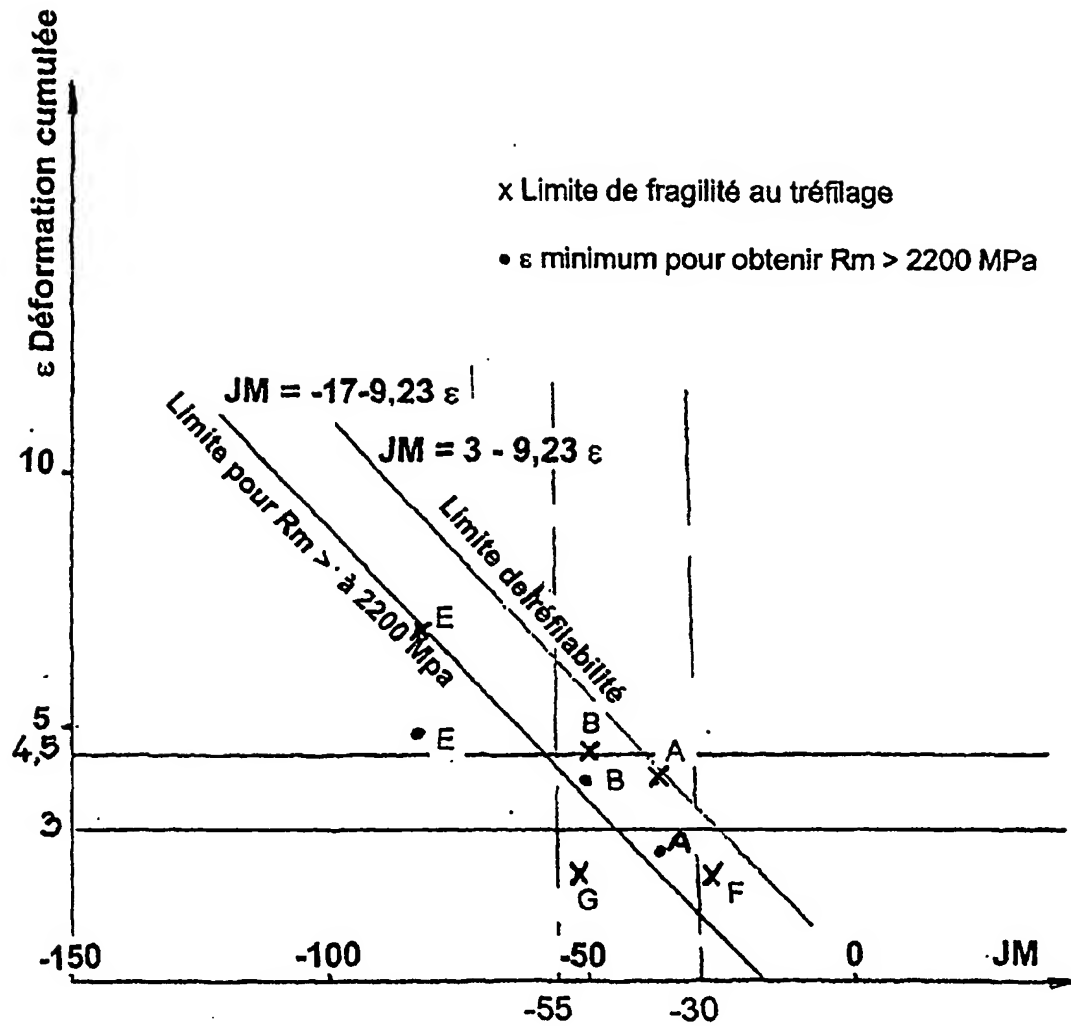


Fig 1

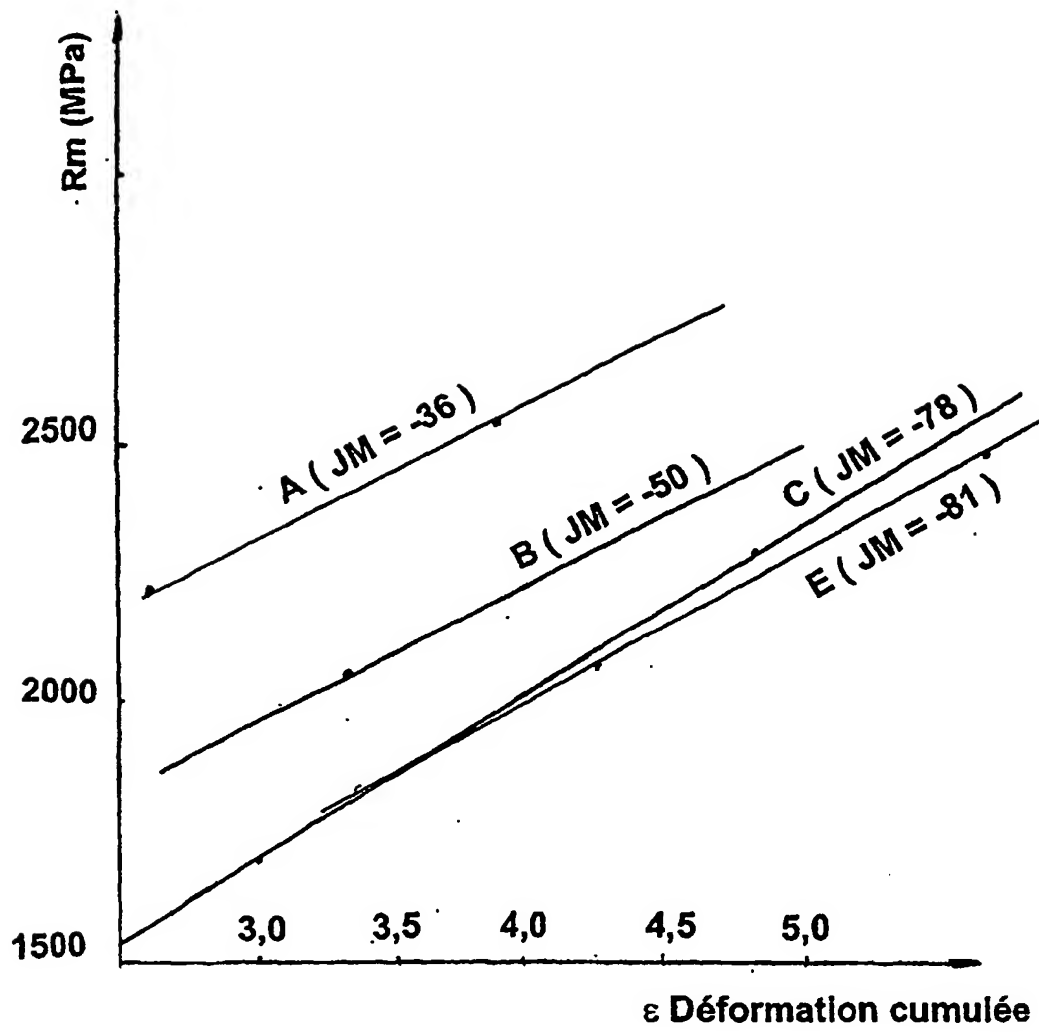


Fig 2